

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-239032

(43)Date of publication of application : 27.11.1985

(51)Int.Cl. H01L 21/58

(21)Application number : 59-092954 (71)Applicant : TOKYO TUNGSTEN CO LTD

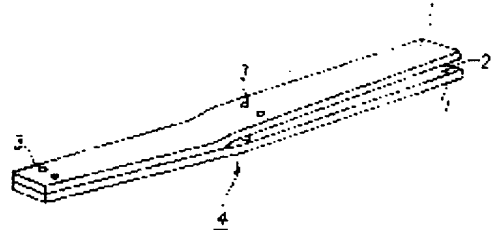
(22)Date of filing : 11.05.1984 (72)Inventor : OKAMOTO KENICHI
MORI MICHIO
SAITO AKIRA

(54) MANUFACTURE OF COPPER-MOLYBDENUM COMPOSITE ELECTRODE MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To enable to obtain simply a composite electrode material having superior peel resistance, etc. by a method wherein the surfaces of an Mo plate are made rough, and a composite plate formed by arranging with copper plates on the respective surfaces of the Mo plate made rough is rolled in the specified atmosphere and condition.

CONSTITUTION: A roughing process of a surface to roughness of $5W30 \mu m$ on an average is performed at least to one surface of an Mo plate 2. Then the Mo plate 2 is put between copper plates 1, and spot weldings 3 are performed to the neighborhood of the left edge of the copper plates 1 and to the neighborhood of the left edge of the Mo plate 2 to fix temporarily the fellow copper plates 1, and the copper plates 1 and the Mo plate 2. Rolling processings of the plural number of times are performed to the composite plate 4 thereof heating at $700W 950^{\circ} C$ in a hydrogen gas or an inactive gas atmosphere having oxygen content of 500ppm or less in this condition to manufacture the copper.Mo composite electrode material. The copper.Mo composite electrode material manufactured in such a way has superior peel resistance, and moreover, no warp is generated during employment.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑫ 特 許 公 報 (B 2)

平2-852

⑬ Int. Cl.⁵

H 01 L 21/52

識別記号

C
B

庁内整理番号

8728-5F
8728-5F

⑭公告 平成2年(1990)1月9日

発明の数 1 (全3頁)

⑮発明の名称 銅・モリブデン複合電極材料の製造方法

⑯特 願 昭59-92954

⑰公 開 昭60-239032

⑱出 願 昭59(1984)5月11日

⑲昭60(1985)11月27日

⑳発 明 者 岡 本 謙 一 富山県富山市岩瀬古志町2番地 東京タングステン株式会社富山工場内
 ㉑発 明 者 森 道 雄 富山県富山市岩瀬古志町2番地 東京タングステン株式会社富山工場内
 ㉒発 明 者 斎 藤 明 東京都練馬区下石神井3-6-32
 ㉓出 願 人 東京タングステン株式会社 東京都千代田区鍛冶町2丁目6番1号
 ㉔代 理 人 弁理士 芦 田 坦 外2名
 審 査 官 河 合 章

1

2

⑳特許請求の範囲

1 モリブデン板材の少なくとも一面を平均5〜30 μ mの表面粗さで粗面化し、該粗面化された面に銅板を配置した複合板を、酸素含有量が500ppm以下の水素ガスあるいは不活性ガス雰囲気中において、700乃至950℃に加熱して、前記雰囲気中で、複数回の圧延加工を行うようにし該圧延加工のうち最初の圧延加工の圧延率が35乃至55%であることを特徴とする銅・モリブデン複合電極材料の製造方法。

発明の詳細な説明

〔産業上利用分野〕

本発明は複合電極材料、特に、半導体の支持に用いられる複合電極材料の製造方法に関する。

〔従来技術〕

従来から半導体支持用の電極材料として、半導体の熱膨張率に極めて近い熱膨張率を持つタングステン(W)及びモリブデン(Mo)が用いられてきた。

一般に、半導体支持用電極材料に求められる性質としては、熱伝導性が良いこと、電気伝導性が良いこと及び半導体とのろう付性が良い(半導体をしっかりと固定できる)ことなどである。この

点に鑑みて、モリブデン材と銅とを複合した複合電極材料が提案されている。

ところが、モリブデン材は2600℃という高温の融点を有するとともに加工が困難である。一方、銅は比較的融点も低く、加工性も良いというモリブデンと相反する性質を持っており、したがって、モリブデン板材の片面あるいは両面に銅板を配置する場合、これをメツキ処理する方法によって複合化しているが、このメツキ処理は非常に面倒であり、また、非常に不経済であつたのであまり用いられていない。

従来、一般に用いられている複合電極材料の製造方法は、(1)モリブデン板材と銅板との間に接着媒介層を設けて、冷間圧延を行い、モリブデン板材と銅板材を接合し、複合電極材料を作製する方法、またはモリブデン板材と銅板材とをろう付する方法、(2)モリブデン板材と銅板とを重ね合わせて熱間圧延加工によって接合して複合電極材料とする方法、(3)モリブデン板材と銅板を重ね合わせて、これをステンレス合金などで包んで加熱圧延を行なつた後、ステンレス合金を除去する方法、などである。

ところが、上記の(1)においては、接着媒介層や

3

ろう付部分に不均一が生ずることが避けられず、接着強度にムラがあり、この複合電極材料を用いた場合、モリブデンと銅との熱膨張率の相違によって、モリブデン板と銅板とが剥離したり、複合電極材料が反るなどの問題点がある。また上記の(2)の方法においては、モリブデン及び銅は大気中での加熱によってその表面に酸化物膜を形成し易く、特にモリブデンでは大気中で500℃以上に加熱すると、モリブデンの表面上に形成された酸化物膜が昇華してしまうという問題点があり、熱間圧延を行う雰囲気及び加熱温度等を決定することが難しく、モリブデン板と銅板とを完全に接合することが困難である。上記(3)の方法では、モリブデン板及び銅板をステンレス合金で包む際の脱気処理や、圧延後の複合電極材料を取り出す作業が非常に面倒であるという問題点がある。

〔発明の目的〕

本発明の目的は、使用中に剥離や反りを生じることのないモリブデン・銅複合電極材料を容易に製造することのできる方法を提供することである。

〔発明の構成〕

本発明では、モリブデン板材の少なくとも一面を平均5乃至30 μ mの表面粗さで粗面化し、該粗面化された面のそれぞれに銅板を配置した複合板を、酸素含有量が500ppm以下の水素ガスあるいは不活性ガス雰囲気中において、700乃至950℃に加熱して、前記雰囲気中で複数回の圧延加工を行うようにしたことを特徴とする銅・モリブデン複合電極材料の製造方法が得られる。なお、前記複数回の圧延加工のうちの最初の圧延加工の圧延率が35乃至55%であればよい。

〔発明の実施例〕

以下、本発明について実施例を基に説明する。

まず、厚さ1mm×幅70mm×高さ4500mmの純銅板2枚、厚さ1mm×幅70mm×高さ3500mmの純モリブデン板1枚を準備する。このモリブデン板の表面及び裏面の2面に対して、液体ホーニング装置を用いて、平均20 μ mの表面粗さに処理した。また上記の銅板及びモリブデン板からは予め酸化物被膜及び油脂分を除去した。

次に第1図に示すように、モリブデン板2を銅板1ではさみ、銅板1の左端近傍及びモリブデン板2の左端近傍にスポット溶接3（あるいは銅鉄

4

でもよい)を施して、銅板1同士及び銅板1とモリブデン板2とを仮りに固定する。(以下これを複合板素材と呼ぶ)。さらに第2図を参照すると、この複合板素材4は電気炉5中に挿入され、この複合板素材4の先端部(第1図において左側)は圧延機6に挿入されている。この状態において、ガス送入口7より、含有酸素量が100ppm以内の水素ガスを電気炉5内に送り込むとともに、電気炉5の加熱ヒータ51に通電して、炉内温度を900℃に保持した。

次に圧延機6を回転させて、複合板素材4を图中左側に移動させて、第1回目の圧延を行なった。なおこの時の圧延率は40%に保持した。さらに上記の炉内雰囲気において熱間圧延を行ない、最終的に複合板素材4の厚さを1mmとした。その後、この熱間圧延された複合板素材4を電気炉6から取り出して、表面を洗浄し、室温において所定の厚さに冷間加工(圧延)をして、銅・モリブデン複合電極材料を作製した。そして、このようにして作製された銅・モリブデン複合電極材料は耐剥離性がすぐれており、また使用中に反りが発生しないことがわかった。

ところで、発明者らは上述した銅・モリブデン複合電極材料の作製にあたって、予め設定した条件を種々変化させて、作製後の銅・モリブデン複合電極材料について調べたところ、設定条件と銅・モリブデン複合電極材料の性質(特性)との関係は次のとおりであった。なお、使用した銅板及びモリブデン板の寸法は前述の実施例と同一のものを使用し、表示しない設定条件は実施例と同じとした。

複合板素材を作製するにあたって、モリブデン板の表面粗さを平均で5 μ m以下とした場合、銅板とモリブデン板との接着強度が低下し、したがって複合電極材料が剥離現象を生ずることがある。またモリブデン板の表面粗さが平均30 μ mを超えると、熱間圧延時において、銅板とモリブデン板との摩擦抵抗が大きいため、複合板素材を所定の厚さに圧延するための制御が極めて困難となってしまう。

次に、電気炉内の雰囲気について実験したところ、電気炉内に送入される水素ガスに含有される酸素量が550ppmを超えると、熱間圧延中においてモリブデン板と銅板との圧接面に微量の酸化物

5

6

が形成され、この酸化物によつて部分的に接合状態の不良があらわれ、複合電極材料の使用中に、この接合不良箇所にふくらみなどが発生して、電極として性能が劣化した。さらに、電気炉内の温度は、圧接の観点からすれば、銅の融点に近い1000~1050℃に設定することが好ましいけれども、上記の温度範囲では銅の軟化が著しく、圧延することは不適當であり、さらに、モリブデンの再結晶温度は約950℃であるため、電気炉内温度は800~950℃に設定することが最もよく、銅板とモリブデン板とをしつかりと圧接することができる。炉内温度が750℃を下まわると銅板の軟化が不足して、モリブデン板と銅板との接合強度が低くなって、複合電極材料の使用時に剝離現象が生ずることがある。

さらに、圧延機による圧延率についても調べたところ、複数回行う熱間圧延において、最初の圧延の圧延率は35%以上を必要とし、圧延率が30%以下となると、モリブデン板と銅板との接合状態が低下し、複合電極材料に剝離現象が生ずることがある。また最初の圧延率が55%を超えた場合、銅とモリブデンとは特性（加工性）が相違するため、複合板素材を所定の厚さに制御することが極

めて困難となつてしまう。甚だしい場合には、銅板とモリブデン板との加工硬化量の相異によつて、モリブデン板が割れる場合もある。なお、最初の圧延率は好ましくは40~50%とするほうがよいことがわかつた。なお上述の実施例ではモリブデン板の両面を粗面化し、この両面に銅板を配置する場合について述べたが、片面を粗面化して、この面に銅板を配置して複合電極材料としてもよい。

〔発明の効果〕

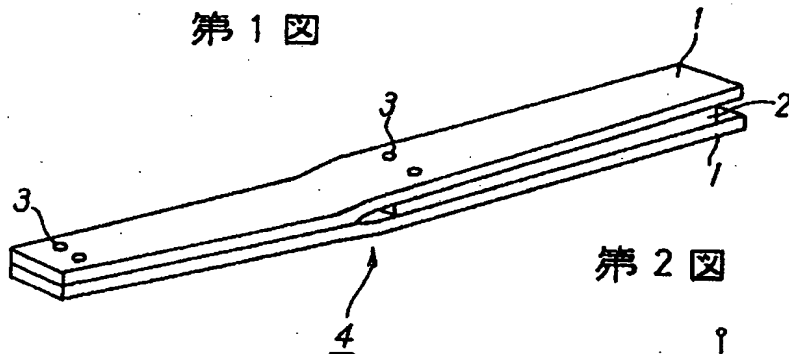
以上、説明したように本発明による製造方法を用いれば、耐剝離性等のすぐれた銅・モリブデン複合電極材料が得られるばかりでなく、特別の器具等を使用する必要がなく、極めて簡便な製造方法が得られる。

図面の簡単な説明

第1図は銅板及びモリブデン板による複合板素材を示すための斜視図、第2図は第1図に示した複合板素材を熱間圧延する状態を示すための図である。

1……銅板、2……モリブデン板、3……スポット溶接、4……複合板素材、5……電気炉、6……圧延機、7……水素送入口。

第1図



第2図

